

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 1.

N° 769.586

Procédé de préparation de dérivés de combinaisons oxy- et aminopyridiques.

Société dite : CHEMISCHE FABRIK VON HEYDEN Aktiengesellschaft résidant en Allemagne.

Demandé le 5 mars 1934, à 13<sup>h</sup> 5<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 11 juin 1934. — Publié le 28 août 1934.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 31 mars 1933. — Déclaration du déposant.)

Il a été constaté que des combinaisons oxy- et aminopyridiques ont tendance à se réunir en combinaisons moléculaires avec des acides barbituriques substitués. Les dérivés ainsi obtenus constituent des combinaisons cristallisées déterminées, qui se distinguent essentiellement, dans leurs propriétés physiques, des matières premières employées dans chaque cas.

On obtient des dérivés de ce genre de combinaisons oxy- et aminopyridiques, en fondant par exemple ces dernières dans une quantité correspondant à 2 molécules pour 1 ou 2 molécules d'un acide barbiturique substitué. Mais on peut également faire agir les composants l'un sur l'autre dans des solvants et obtenir les combinaisons moléculaires par cristallisation ou évaporation, ou faire réagir des sels d'acides barbituriques avec des sels des combinaisons mentionnées de la pyridine.

*Exemple 1.* — On dissout à chaud 2,3 parties de 4-oxy-5-nitropyridine et 3 parties d'acide diéthylbarbiturique dans 60 parties en volume d'eau. Par refroidissement, il se sépare par cristallisation une combinaison, fondant à 245°, qui pour 1 mol. de C<sup>6</sup>H<sup>4</sup>O<sup>2</sup>N<sup>2</sup>Az<sup>2</sup>, contient 1 mol. de C<sup>11</sup>H<sup>10</sup>O<sup>3</sup>Az<sup>2</sup>.

*Exemple 2.* — On fond à 140° 1 partie d'acide diéthylbarbiturique et 2 parties de

2-éthoxy-5-acétaminopyridine. Après solidification de la masse fondue claire, on fait cristalliser dans de l'eau ou du benzène. La combinaison ainsi obtenue fond à 112°-115° et contient, pour 1 mol. de C<sup>11</sup>H<sup>10</sup>O<sup>3</sup>Az<sup>2</sup>, 3,5 2 mol. de C<sup>9</sup>H<sup>12</sup>O<sup>2</sup>Az<sup>2</sup>.

*Exemple 3.* — A une suspension de 16 parties d'acide diéthylbarbiturique dans 90 parties en volume de benzène chaud, on ajoute 12 parties de N-méthyl-α-pyridone. Par agitation, il se produit bientôt une solution. La combinaison, se séparant par cristallisation lors du refroidissement, fond à environ 120° et se compose des matières premières dans le rapport 1 : 1.

*Exemple 4.* — On mélange intimement 17 parties d'acide phényléthylbarbiturique avec 8 parties de N-méthyl-α-pyridone; il se produit très rapidement une solidification avec dégagement de chaleur. Après le refroidissement, on pulvérise le produit, on malaxe avec de l'éther, on filtre à la trompe et on sèche. On obtient ainsi une combinaison, fondant à 122° environ, qui contient, pour 1 mol. de C<sup>12</sup>H<sup>10</sup>O<sup>3</sup>Az<sup>2</sup>, 1 mol. de 5,5 C<sup>10</sup>H<sup>7</sup>O<sup>2</sup>Az.

*Exemple 5.* — On dissout à chaud 20 parties d'acide diéthylbarbiturique et 25 parties de α-aminopyridine dans 100 parties en volume d'alcool à 20 o/o. Après refroidisse-

ment, on filtre à la trompe les cristaux qui se sont séparés, on lave avec de l'alcool à 20 0/0 et on sèche. On peut les nettoyer par dissolution dans de l'éther et par précipitation avec de l'éther de pétrole; ils fondent alors à 82°-85°. Cette combinaison contient, pour 1 mol de  $C^8H^{12}O^2Az^2$ , 2 mol. de  $C^3H^6Az^2$ .

## RÉSUMÉ.

10 L'invention concerne :

1° Un procédé de préparation de dérivés de combinaisons oxy- et aminopyridiques, caractérisé en ce qu'on fait agir des combinaisons oxy- et aminopyridiques sur des

acides barbituriques substitués; .

2° Des modes d'exécution du procédé suivant 1°, dans lesquels :

a. On fond les constituants à température accrue;

b. On fait agir les constituants l'un sur l'autre en solution ou en suspension;

c. On produit une double réaction entre les sels des constituants.

Société dite : CHEMISCHE FABRIK VON HEYDEN  
AKTIENGESellschaft.

Par procuration :

Société Dony et Arnemann & Co.